



Generate Collection

L9: Entry 26 of 30

File: JPAB

Feb 15, 1990

PUB-NO: JP402046279A

DOCUMENT-IDENTIFIER: JP 02046279 A

TITLE: REACTION DEVICES FOR LIQUID-LIQUID DIFFERENT PHASE SYSTEM

PUBN-DATE: February 15, 1990

INVENTOR-INFORMATION:

NAME COUNTRY

SAKATA, MASARU

WADA, HIDETOSHI

ASSIGNEE-INFORMATION:

NAME COUNTRY

SEITAI KINOY RIYOU KAGAKUJIN SHINSEIZOU GIJUTSU KENKYU KUMIAI

APPL-NO: JP63197393

APPL-DATE: August 8, 1988

US-CL-CURRENT: 422/129; 435/295.1

INT-CL (IPC): C12M 1/08; B01J 14/00

ABSTRACT:

PURPOSE: To enable to perform the effective reaction and separation of a liquid- liquid different phase system by disposing a draft tube in a reactor, disposing stirring blades in the draft tube and further disposing a flow-straightening section at the inside upper portion of the draft tube.

CONSTITUTION: A heavy liquid phase-introducing opening 22 and a light liquid phase-overflowing opening 7, a light liquid phase-introducing opening 23 and a draft tube 2 are disposed at the upper portion, the lower portion and the inner portion of a reactor, respectively, and stirring blades 4 are disposed in the draft tube 2. A flow-straightening section 3 is disposed at the inside upper portion of the draft tube 2. The reaction and separation of a liquid-liquid different phase system can be consequently performed effectively and continuously.

COPYRIGHT: (C)1990, JPO&Japio

⑫ 公開特許公報(A) 平2-46279

⑬ Int. Cl.⁵

識別記号

庁内整理番号

⑭ 公開 平成2年(1990)2月15日

C 12 M 1/08
B 01 J 14/00A 8717-4B
6865-4C

審査請求 未請求 請求項の数 1 (全7頁)

⑮ 発明の名称 液-液異相系の反応装置

⑯ 特 願 昭63-197393

⑰ 出 願 昭63(1988)8月8日

⑱ 発 明 者 坂 田 勝 和歌山県那賀郡岩出町畑毛283-24

⑲ 発 明 者 和 田 英 俊 和歌山県和歌山市秋月66-6

⑳ 出 願 人 生体機能利用化学品新 東京都中央区日本橋茅場町1丁目13番21号
製造技術研究組合

㉑ 代 理 人 弁理士 古 谷 肇

明 細 書

1. 発明の名称

液-液異相系の反応装置

2. 特許請求の範囲

- 1 上部に重液相導入口および軽液相の溢流口が設けられており、下部に軽液相導入口が設けられ、内部にドラフトチューブを有し、該ドラフトチューブ内に攪拌器が取付けられている液-液異相系の反応装置において、ドラフトチューブの内側上部に整流部が設けられていることを特徴とする液-液異相系の反応装置。

3. 発明の詳細な説明

〔産業上の利用分野〕

本発明は内部にドラフトチューブを有する液-液異相系反応装置の改良に関する。更に詳しくは、反応槽内の液の流れをスムーズな縦方向の循環流に制御して反応を行わせ、以て2液相の分離を良好となし、かつ反応槽容積を有効に利用できる様にした液-液異相系の反応装置に

関するものである。

〔従来の技術およびその問題点〕

攪拌操作は各種工業において広く適用されている操作であるが、その中でドラフトチューブを内部に有する攪拌槽は槽内全体に循環流を生じさせ、槽内の液全体に均一にエネルギーを与えることができるという特徴を有している。

本発明者らはすでに酵素あるいは微生物反応での液-液異相系の反応において効率よく反応を行いながら、しかも同時に生成物の分離も行うことのできる連続反応方法を提案している(特開昭62-278988, 特願昭62-265855)。これらの発明に用いられる反応装置においては、2液相の接触効率を高めるため攪拌槽外筒とドラフトチューブの間のスペースに充填材を充填しているが、この充填材は反応槽内の円周方向の液の流れを防ぎ、攪拌羽根の軸方向に整流する効果も有している。したがって、液-液異相系の反応を連続的に行う様な場合、この様な上下方向の循環流を生じさせることにより反応槽上部

での2液相の分離を良好に行うことができる。

しかしながら、この様な充填材を充填した反応装置は、反応槽の有効容積が著しく小さくなるため、工業化レベルでの実施においては好ましくない場合が多い。

〔問題点を解決するための手段〕

本発明者らは、上記の問題点を解決すべく鋭意検討を重ねた結果、反応槽の有効容積をロスすることなく、ドラフトチューブ吐出口においても円周方向の流れを防ぎスムーズな縦方向の流れが得られる液の整流手段を具備した液-液異相系の反応装置を見出して本発明に到ったものである。

即ち本発明は、上部に重液相導入口および軽液相の溢流口が設けられており、下部に軽液相導入口が設けられ、内部にドラフトチューブを有し、該ドラフトチューブ内に攪拌器が取り付けられている液-液異相系の反応装置において、ドラフトチューブの内側上部に整流部が設けられていることを特徴とする液-液異相系の反応

装置を提供するものである。本発明の反応装置によれば、液-液異相系の反応においてドラフトチューブ内側の液の吐出口側に設けられた整流部により円周方向の流れを防止し、ドラフトチューブ吐出口での液の流れを縦方向に制御し、効率のよい反応と分離を行うことが可能となる。

本発明の目的を達成するために要求される整流部の構造としては、ドラフトチューブ内の攪拌翼によって生じる円周方向の流れをドラフトチューブの吐出口側において縦方向の流れに整流できる性能を有するものであればよく、種々の型式が考えられるが、例えば第1図に示す様にドラフトチューブ2の横方向断面に於いて放射線状(a)、或いは格子状(b)に整流板3'を配した整流部3をドラフトチューブ2の吐出口側に取り付けたものが簡単でしかも効果的である。

具体的には、整流部の大きさとしては、操作条件あるいは液の性質(粘度、比重、界面張力等)により異なるが、第1図におけるドラフトチューブ2の直径 d_t と整流部3の長さ m の比率

は通常、20:1以上が好ましく、10:1以上がさらに好ましい。しかしながら、必要以上に大きな整流部を取り付けても、ドラフトチューブが長くなり、リアクターの設計上かえって不利になるため、整流部の大きさは必要最低の大きさでよく $d_t:m$ は10:1~1:1の範囲が最も好ましい。

また、整流部内の整流板の取り付け角度は本発明の目的を達成するためには、目的とする整流方向に対して平行に取り付けるのが最も好ましい。整流部内の整流板の枚数も、必要以上に多くしても整流効果には影響せず、かえって整流部での抵抗による圧力損失が大きくなり好ましくない。したがって整流板の枚数においても、目的が達成される最小枚数とすることが好ましく、操作条件や液の性質により異なるが、通常第1図(a)の様な放射線状に配した仕切り板では2~3枚以上、すなわちドラフトチューブ断面を4~6等分以上する様に取り付ければよく、第1図(b)の様に格子状に配する場合も2~6枚

以上で十分に目的を達成することができる。

本発明の反応装置の特徴とする整流部をさらに詳しく第2図および第3図を用いて説明する。第2図は本発明の特徴を有する反応槽の1例の略示縦断面図である。第2図では、反応槽1内の液の流れはドラフトチューブ2の内側においては点線で示した上昇流、ドラフトチューブ2の外側においては点線で示した下降流となっている。この場合、ドラフトチューブ2の内側上部、すなわちドラフトチューブ内側液の吐出口側に図に示した様な整流部3を設けている。第3図はかかる整流部3の1例を示したもので、この様にドラフトチューブ2の内側に円の中心から、放射状に平板状の整流板3'が取り付けられている。第3図の場合、ドラフトチューブの中心に攪拌羽根の軸を通すスペースをとっているが、この様なスペースを取る必要が無い場合は第1図に示した如く中心部まで整流板を取り付けてもよい。尚2図に於いて4は攪拌羽根、5は上部じゃま板、6は下部じゃま板である。

本発明の特徴は、ドラフトチューブを内部に有する攪拌槽において、ドラフトチューブ内側の攪拌羽根によるドラフトチューブ内の円周方向の液の流れを、ドラフトチューブ内側の液の吐出口側に整流部を設けることによりスムーズな軸方向の流れに整流し、ドラフトチューブ出口およびドラフトチューブ外側での液の流れをスムーズな縦循環流とすることであり、例えば、軽液相と重液相の液-液異相系での反応に適用でき、スムーズな縦循環流を作り出すことにより、効率よく連続的に反応と分離を行うことができる。

本発明を更に詳しく、重液相として水溶液、軽液相として水より比重の小さい非水溶液相の液-液2相系反応を一例として、本発明の好適実施態様を示した図面に基づいて説明する。反応例として $A + B \rightarrow C + D$ (A, Bはそれぞれ反応原料、C, Dはそれぞれ生成物である。今AおよびCは水溶性、BおよびDは水不溶性とする。)で表わされる液-液2相系反応につい

て、溢流口7、又、下部には水(重液相)出口20が設けられており、それぞれの出口から生成したD, Cを取り出す。

本発明の方法を用いれば反応と同時に生成物の分離を行うことができるので、回分操作はもちろん、連続的に生成物を抜き出しながら反応原料を供給する連続反応あるいは半連続反応を行うことも可能である。また、反応器中を仕切り板により多段に区切り、液の完全混合を防ぐことにより、効率的な反応が行え、反応時間の短縮、反応器の縮小や生成物濃度の高濃度化等が可能となる。

本発明の装置に於いてドラフトチューブの径は特に限定されるものではなく目的とする反応により径を決定すればよいが反応槽の径の5~90%の径であれば好ましく用いられる。また、攪拌羽根の回転速度は、反応器中の下層がうまく巻き上げられて非水溶液相と水相との界面近傍で混和が起こり、しかも反応器上部と下部に、非水溶液相と水相とが混和しない部分が残るよ

うに第4図を用いて説明する。第4図は本発明の特徴を有する反応器の1例である。反応器1内には非水溶液相と水相を微細なエマルションとし効率的な反応を行うため、ドラフトチューブ2を有するヘリカルスクリー型攪拌羽根4が設けられ2相を混和する。第4図に示したように反応器の最上部と最下部にそれぞれじゃま板5, 6を設けると反応器の最上部と最下部での液の完全混合を防止し、非水溶液相と水相とが分離した状態の部分形成できるので好ましい。

この反応器内に反応原料A(水相)と反応原料B(非水溶液相)をそれぞれ反応原料(水相)貯槽11、反応原料(非水溶液相)貯槽12より一定の比率でそれぞれポンプ14, 13により、水(重液相)導入口22、非水溶液(軽液相)導入口23から仕込む。水と非水溶液は並流あるいは向流いずれの方法で仕込んでもよいが通常は向流となるように仕込むことが好ましい。

反応器1内の上部には非水溶液(軽液相)の

うに設定すればよい。

尚第4図に於いて、17は生成物(非水溶液相)貯槽、8は限外濾過膜、9は水相膜処理用貯槽、10は生成物(水相)貯槽、13~16はポンプ、18~19はバルブ、21は攪拌用モーターである。

本反応器を用いて、通常の化学触媒、あるいは酵素、微生物等の生体触媒を使った反応を行う場合、これら反応に使用した触媒は効率よく反応器内に保持されるが、水相あるいは非水溶液相に若干溶解してくることがある。したがってこれら触媒の効率的な利用、あるいはまた生成物の品質への影響等を考慮するとこれら触媒を濃縮回収することが好ましい。

尚、本発明において、触媒とは通常の化学触媒はもちろん酵素、微生物等の生体触媒を含めたすべての触媒のことである。

触媒を効率的に濃縮回収するには静置分離、遠心分離、膜分離等の方法が挙げられるが、連続的に分離するには限外濾過膜を用いるのが好ましい。使用する限外濾過膜は、反応に使用す

る触媒を通過させないものであれば材質、形状等特に限定するものではなく、水相側に溶解したものを回収するには酢酸セルロース膜、ポリアクリロニトリル膜、ポリスルホン膜、ポリアミド膜等のような親水性材質のものが好ましく使用でき、また非水溶液相に溶解したものを回収するにはポリプロピレン膜、ポリエチレン膜、テフロン膜等のような疎水性材質のものが好ましく使用できる。さらに多孔質ガラス、多孔質セラミック等の無機材質の膜は水相、非水溶液相のいずれの相の膜分離にも好ましく使用できる。また、形状についても平膜状、管状、スパイラル状、中空糸状等どのような形状のものでも使用できる。限外濾過膜の分画分子量については反応に使用する触媒により異なり、これら触媒の透過が阻止できる孔径を有しておればよく、特に限定するものではないが、一般に3000~50000程度のもものが好ましい。限外濾過により触媒を含まない水相あるいは非水溶液相を連続的に抜き出し、触媒の濃縮液は連続的、ある

いは半連続的に反応系内へ戻してやればよい。

尚、触媒のほとんどが反応器内に保持され水相あるいは非水溶液相への溶解が無視できるならば限外濾過によるこれら触媒の分離の必要はない。またあらかじめ種々の方法で不溶性担体に固定化した触媒を使用することも可能で、この場合も限界濾過による触媒回収工程は必要ない。あるいはまた、限外濾過工程を省略して、水相あるいは非水溶液相に溶解した触媒分に相当するフレッシュな触媒を添加する方法も可能である。

本発明の方法を用いれば特別な前処理を行うことなく、反応器内に触媒を保持し効率よくこれら触媒の回収再利用が可能である。

本発明の方法は、軽液相と重液相の液-液異相系での種々の反応に適用でき、前述のリパーゼによる油脂の加水分解反応、リパーゼによるトリグリセリドの合成、トリグリセリドのエステル交換反応、あるいはサーモライシンによるカルボベンジルオキシ-1-アスパラギン酸と

γ-フェニルアラニンメチルエステルからの人工甘味料アスパルテーム（アスパルチルフェニルアラニンメチルエステル）の合成などのようなプロテアーゼによるペプチドの合成反応、あるいはまた、これら生化的な反応の他に、有機化合物のニトロ化反応、スルホン化反応やアルキル化反応等の液-液2相系での反応に広く応用可能であるが、これらに限定されるものではない。

〔実施例〕

以下、本発明の実施例について説明するが、本発明はこれら実施例に限定されるものではない。

<実施例-1>

第5図に示した様な寸法比の反応槽を用いて反応槽内の液の流れを観察した。流体としてはシリコンオイル（粘度50cp）、トレーサーとしてポリマービーズを用いた。攪拌機の回転数は300rpmとした。反応槽内の液の流れは第6図に示した様なスムーズな縦方向の流れとなった。

<比較例-1>

実施例-1と同じ寸法比の反応槽であるが、整流板を取りはずして液の流れを観察した。流体トレーサー、回転数等の各条件はすべて実施例-1と同様とした。反応槽内の液の流れは第7図に示した様な旋回流となり、上部じゃま板の上のスペースにまでトレーサーの混入が見られた。

<実施例-2>

実施例-1と同じ寸法比の反応槽を用いてリパーゼによる油脂の加水分解を行った。油脂と水の仕込み量は重量比で1:1、リパーゼ添加量は500V/g-oilとした。攪拌機の回転数は300rpmとした。反応系はW/O型のエマルションとなっており、第6図に示した様なスムーズな縦方向の流れが得られ、上部じゃま板の上へのエマルションの混入は認められず、良好に油水分離を行うことができた。

<比較例-2>

実施例-2と同様の操作を整流板を取りはず

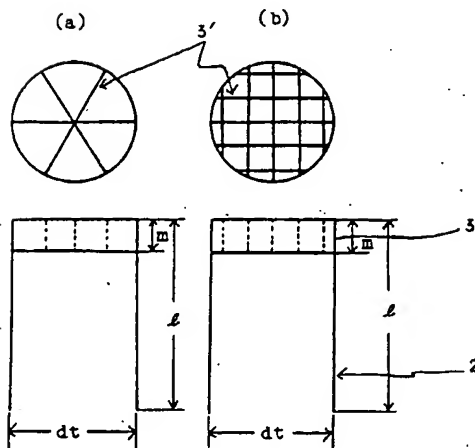
した反応槽を用いて行った。反応槽内の液の流れは第7図に示した様な旋回流となり、上部じゃま板の上のスペースにまでエマルションの混入が起こり良好に油水分離を行うことができなくなり反応の継続は不可能となった。

4. 図面の簡単な説明

第1図(a), (b)は夫々本発明の反応装置にとりつける整流部の例を示す略示横断面図及び立面図、第2図は反応槽の略示縦断面図、第3図はドラフトチューブ及び整流部の略示平面図及び立面図、第4図は本発明の反応装置の1例を示す模式図、第5図は反応装置の各部の寸法を示す説明図、第6図は本発明の実施例に於ける整流部及び液流の状態を示す参考図、第7図は本発明の比較例に於ける液流の状態を示す参考図である。

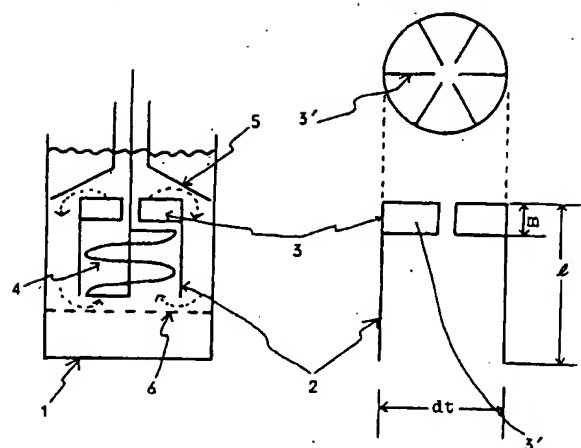
- 1 : 反応槽
- 2 : ドラフトチューブ
- 3 : 整流部
- 4 : 攪拌羽根

第 1 図



第 2 図

第 3 図

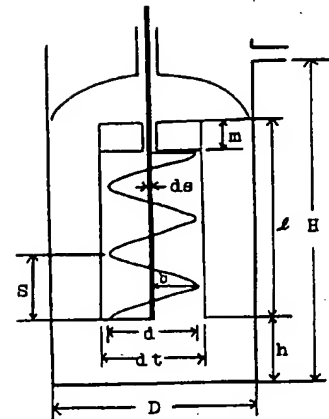


5 : 上部じゃま板

6 : 下部じゃま板

出願人代理人 古 谷 馨

第 5 図



D : 100
H : 290
L : 170
h : 75
m : 20
s : 60
b : 21
d : 50
dt : 60
ds : 8

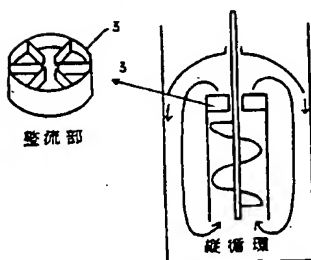
手続補正書(自発)

昭和63年9月21日

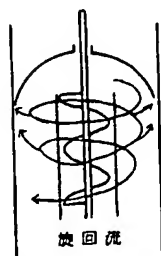
特許庁長官 吉田文毅 殿



第 6 図



第 7 図



1. 事件の表示

特願昭63-197393号

2. 発明の名称

液-液異相系の反応装置

3. 補正をする者

事件との関係 特許出願人

生体機能利用化学品新製造技術研究組合

4. 代理人

東京都中央区日本橋横山町1の3中井ビル

(6389) 弁理士 古 谷 肇

☎ (03) 663-7808 (代)



5. 補正の対象

明細書の特許請求の範囲、発明の詳細な説明
及び図面の簡単な説明の欄

6. 補正の内容

(1) 特許請求の範囲の記載を別紙の通り補正



- (1) 明細書2頁下から4行「攪拌羽根」を「攪拌翼」と訂正
- (1) 同3頁下から4行「攪拌器」を「攪拌翼」と訂正
- (1) 同6頁下から5行及び下から2行「攪拌羽根」を「攪拌翼」とそれぞれ訂正
- (1) 同7頁3行「攪拌羽根」を「攪拌翼」と訂正
- (1) 同8頁5行「攪拌羽根」を「攪拌翼」と訂正
- (1) 同9頁下から4行「攪拌羽根」を「攪拌翼」と訂正
- (1) 同13頁下から3行「攪拌機」を「攪拌翼」と訂正
- (1) 同14頁13行「攪拌機」を「攪拌翼」と訂正
- (1) 同15頁末行「攪拌羽根」を「攪拌翼」と訂正

2. 特許請求の範囲

- 1 上部に重液相導入口および軽液相の溢流口が設けられており、下部に軽液相導入口が設けられ、内部にドラフトチューブを有し、該ドラフトチューブ内に攪拌翼が取付けられている液-液異相系の反応装置において、ドラフトチューブの内側上部に整流部が設けられていることを特徴とする液-液異相系の反応装置。